






## Process for preparing ionones

**Patent number:** DE19619557  
**Publication date:** 1997-11-20  
**Inventor:** RHEUDE UDO DR (DE); HOERCHER ULRICH DR (DE); WELLER DIETMAR DR (DE); STROEZEL MANFRED (DE)  
**Applicant:** BASF AG (DE)  
**Classification:**  
- international: C07C403/14; C07B37/10  
- european: C07C175/00A5B  
**Application number:** DE19961019557 19960514  
**Priority number(s):** DE19961019557 19960514

**Also published as:**

 WO9743254 (A1)  
 EP0901467 (A1)  
 US6288282 (B1)  
 US6140542 (A1)  
 EP0901467 (B1)

**Report a data error here**

**Abstract of DE19619557**

A process for the continuous production of alpha and/or beta -ionones or homologous compounds by means of concentrated sulphuric acid at temperatures of 20 to 90 DEG C in the presence of organic solvents or diluents with cooling, and the subsequent halting of the reaction by the hydrolysis of the reaction mixtures with water or dilute sulphuric acid, in which the cyclization of the pseudo-ionones and the subsequent hydrolysis of the reaction mixture is performed in a practically adiabatic reaction in one or more successive reaction mixing pump(s) consisting of a rotational symmetrical mixing chamber formed by a peripheral wall and two faces and driven mixing rotor of a material unaffected by sulphuric acid, where the mixing chamber has at least one inlet for each component and an outlet for the reaction mixture and annular channels in fluid communication with each other in the faces, and the heat of reaction of both reactions is partly or fully evacuated with the aid of a downstream heat exchanger.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Patentschrift  
10 DE 196 19 557 C 1

51 Int. Cl.<sup>6</sup>:  
C 07 C 403/14  
// C 07 B 37/10

21 Aktenzeichen: 196 19 557.8-43  
22 Anmeldetag: 14. 5. 96  
43 Offenlegungstag: —  
45 Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 20. 11. 97

DE 196 19 557 C 1

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

73 Patentinhaber:  
BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE

72 Erfinder:  
Rheude, Udo, Dr., 67166 Osterstadt, DE; Hörcher,  
Ulrich, Dr., 68199 Mannheim, DE; Weller, Dietmar,  
Dr., 67067 Ludwigshafen, DE; Stroezel, Manfred,  
68549 Ilvesheim, DE

56 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht gezogene Druckschriften:

DE 42 20 239 A1  
DE 33 28 440 A1

54 Verbessertes Verfahren zur Herstellung von Jononen, insbesondere von  $\beta$ -Jonon

57 Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von  $\alpha$ - und/oder  $\beta$ -Jonon oder homologen Verbindungen mittels konzentrierter Schwefelsäure bei Temperaturen von 20 bis 90°C in Gegenwart von organischen Lösungs- oder Verdünnungsmitteln unter Kühlung und durch anschließendes Abbrechen der Reaktion durch Hydrolyse des Reaktionsgemisches mit Wasser oder verdünnter Schwefelsäure, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man sowohl die Cyclisierung der Pseudojonone als auch die anschließende Hydrolyse des Reaktionsgemisches in jeweils einer praktisch adiabatischen Reaktion in einer oder mehreren hintereinander geschalteten Reaktionsmischpumpe(n) durchführt, die im wesentlichen aus einer aus einer Umfangswand und zwei Stirnwänden gebildeten rotationssymmetrischen Mischkammer und einem darin drehangetriebenen Mischrotor aus schwefelsäureinertem Material besteht, wobei die Mischkammer mindestens eine Einlaßöffnung für jede Komponente und eine Auslaßöffnung für das Reaktionsgemisch und in den Stirnwänden strömungstechnisch miteinander verbundene ringförmige Kanäle aufweist, und daß man die Reaktionswärme beider Reaktionen jeweils mit Hilfe eines nachgeschalteten Wärmeaustauschers teilweise bzw. ganz abführt.

DE 196 19 557 C 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein verbessertes Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von  $\alpha$ - und/oder  $\beta$ -Jonon oder Homologen dieser Verbindungen durch Cyclisieren von Pseudojononen mittels konzentrierter Schwefelsäure in Gegenwart von organischen Lösungs- oder Verdünnungsmitteln und durch Verdünnen des Reaktionsgemisches mit Wasser.

Es ist bekannt, daß bei der Cyclisierung von Pseudojonon in Gegenwart von Säuren wie Schwefelsäure oder Phosphorsäure ein Gemisch von  $\alpha$ - und  $\beta$ -Jonon erhalten wird. Das Verhältnis der Mengen, in welchen diese Verbindungen entstehen, ist stark von den Bedingungen, unter denen die Reaktion stattfindet, abhängig.

Da sowohl  $\alpha$ -Jonon als auch  $\beta$ -Jonon von großer technischer Bedeutung sind, hat es nicht an Versuchen gefehlt, ein möglichst vorteilhaftes Verfahren zu deren Herstellung zu entwickeln.

Besonders bewährt haben sich Verfahren zur Cyclisierung von Pseudojonon mit konzentrierter Schwefelsäure. Da diese Umsetzung stark exotherm verläuft, ist es sehr wichtig, die entstehende Reaktionswärme möglichst schnell abzuführen, um örtliche Überhitzungen zu vermeiden. Zu diesem Zweck wurden dem Reaktionsgemisch gemäß den bekannten Verfahren Verdünnungsmittel zugegeben. So werden beispielsweise gemäß den DE-PS 10 80 105 und 16 68 505 aliphatische oder cycloaliphatische Kohlenwasserstoffe verwendet. Nachteilig an diesem Verfahren ist, daß sich bei der hier beschriebenen Verfahrensweise in den Reaktionsgefäßen relativ schnell Harze abscheiden, die den kontinuierlichen Betrieb stören.

Gemäß der IN-PS 77 225 wird die Umsetzung in Gegenwart von aliphatischen Chlorkohlenwasserstoffen wie Methylenchlorid, Ethylendichlorid, Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff bei Temperaturen von  $-10^{\circ}\text{C}$  bis  $+10^{\circ}\text{C}$  durchgeführt.

Gemäß der Beschreibung der DE-OS 15 68 108 ist dieses indische Verfahren nachteilig, da die aliphatischen Chlorkohlenwasserstoffe mit Schwefelsäure Chlorwasserstoff abspalten, wodurch die verwendeten Apparate in kurzer Zeit korrodieren. Zur Vermeidung dieser Nachteile wird empfohlen, die Cyclisierung bei  $-25^{\circ}\text{C}$  bis  $+10^{\circ}\text{C}$  in einem Gemisch aus niedrig-siedenden Kohlenwasserstoffen und Chlorkohlenwasserstoffen durchzuführen. Nachteilig an beiden letztgenannten Verfahren ist, daß man die Reaktionstemperatur mit aufwendigen Kühlmitteln niedrig halten muß, um gute Jonon-Ausbeuten zu erzielen.

Weiterhin sind Verfahren bekannt, bei denen die beträchtliche Cyclisierungswärme durch Siedekühlung mit Flüssiggasen abgeführt wird. So arbeitet man gemäß dem Verfahren der DE-PS 16 68 496 mit flüssigem Schwefeldioxyd, dem Verfahren der DE-PS 16 68 505 mit Propan, Butan oder Isobutan und dem Verfahren der DE-PS 19 17 132 mit Methylchlorid und bei Temperaturen von  $-25^{\circ}\text{C}$  bis Raumtemperatur, vorzugsweise Temperaturen unterhalb von  $+10^{\circ}\text{C}$ .

Die gemäß diesen Verfahren erzielten Ergebnisse sind im allgemeinen recht gut. Nachteilig heran ist der große Aufwand, der nötig ist, um das bei der Reaktion verdampfte Gas wieder zu verflüssigen.

Aus der CS-PS 179 046, der SU-PS 458 540 und der SU-PS 547 445 sind ferner Verfahren zur Herstellung von  $\beta$ -Jonon bekannt, bei denen eine gute Durchmischung der Reaktanten und eine schnelle Wärmeabfuhr dadurch erreicht werden, daß man einen Dünnschichtreaktor verwendet. Nachteilig an den beiden letztgenannten Verfahren ist, daß man pro  $\text{m}^2$  Dünnschichtfläche und Stunde nur etwa 3 bis 6 kg  $\beta$ -Jonon erhält, und daß somit eine Übertragung in den industriellen Maßstab zu riesigen Apparaturen führen würde. Nachteilig an dem Verfahren des tschechischen Patents ist, daß man zur Erzielung guter Ausbeuten bei Temperaturen zwischen  $10$  und  $15^{\circ}\text{C}$  arbeiten muß, wodurch wiederum teure Kühlmittel notwendig werden.

Bei allen bekannten Verfahren bildet sich immer ein Gemisch von  $\alpha$ - und  $\beta$ -Jonon. Nach den DE-PS 10 80 105, 16 68 496 und 16 68 505 erhält man bei Reaktionstemperaturen von  $-20$  bis  $0^{\circ}\text{C}$  bevorzugt  $\beta$ -Jonon, während bei Temperaturen von  $-10$  bis  $25^{\circ}\text{C}$  der  $\alpha$ -Jonon-Gehalt ansteigt.

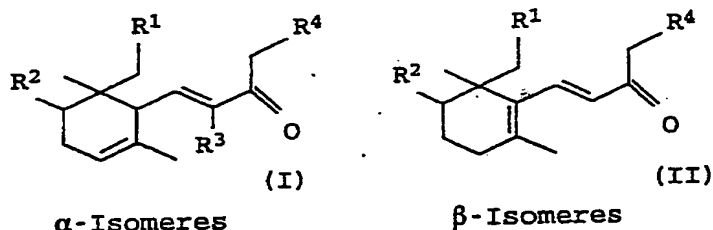
Weiterhin ist aus EP 133 668 ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Jononen bekannt, bei dem man das Pseudojonon in einem unter den Reaktionsbedingungen bei  $25$  bis  $65^{\circ}\text{C}$  siedenden Kohlenwasserstoff unter intensiver Durchmischung und Siedekühlung durch teilweises oder vollständiges Verdampfen des Lösungsmittels so mit konzentrierter Schwefelsäure zusammenbringt, daß die Temperatur des Reaktionsgemisches zwischen  $25$  und  $65^{\circ}\text{C}$  liegt und die Verweilzeit bis zum Verdünnen des Reaktionsgemisches mit Wasser  $0,05$  bis  $20$  Sekunden beträgt. Nachteilig an diesem in kleinen Anlagen sehr gut funktionierenden Verfahren ist, daß die Übertragung in großtechnischen Maßstab Schwierigkeiten bereitet.

Schließlich ist aus EP 628 544 A1 ein Verfahren zur Herstellung von  $\beta$ -Jonon durch die mit Schwefelsäure katalysierte Cyclisierung von Pseudojonon in einem aus konzentrierter Schwefelsäure und einem mit Wasser im wesentlichen nicht mischbaren zweiten Lösungsmittel bestehenden zweiphasigen Lösungsmittelsystem bekannt, bei dem als zweites Lösungsmittel unter Druck stehendes flüssiges Kohlendioxid verwendet wird. Nachteilig an diesem Verfahren ist, daß man unter sehr hohen Drücken und bei recht niedrigen Temperaturen arbeiten muß und daß der apparative Aufwand zur Durchführung des Verfahrens doch recht erheblich ist.

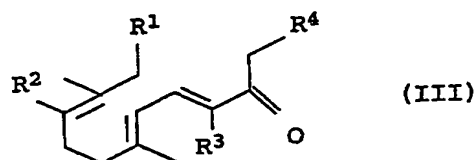
$\beta$ -Jonon ist ein essentielles Vorprodukt für die technische Herstellung von Vitamin A. Ein hoher Gehalt an  $\alpha$ -Jonon führt dabei zu einer Verminderung der Ausbeute. Reines  $\alpha$ -Jonon und alkylsubstituierte Jonone dagegen sind begehrte Riechstoffe, in welchen ein höherer Gehalt an  $\beta$ -Jonon störend wirken würde.

Es war daher die Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zu entwickeln, mit dem sowohl möglichst reines  $\alpha$ -Jonon als auch möglichst reines  $\beta$ -Jonon oder aber alkylsubstituierte Jonone auch in industriellem Maßstab auf möglichst vorteilhafte Weise in hohen Ausbeuten und Raum-Zeit-Ausbeuten hergestellt werden können.

Gegenstand der Erfindung ist ein sehr vorteilhaftes Verfahren zur Herstellung von Jononen der allgemeinen Formeln I und II



in denen  $R^1$  bis  $R^4$  für H,  $-\text{CH}_3$  oder  $-\text{C}_2\text{H}_5$  stehen, durch Cyclisieren von Pseudojononen der allgemeinen Formel III



mittels konzentrierter Schwefelsäure bei Temperaturen von 20 bis 90°C, vorzugsweise 35 bis 65°C, insbesondere 40 bis 60°C, in Gegenwart von organischen Lösungs- oder Verdünnungsmitteln unter Kühlung und durch anschließendes Abbrechen der Reaktion durch Hydrolyse des Reaktionsgemisches mit Wasser oder verdünnter Schwefelsäure, dadurch gekennzeichnet, daß man sowohl die Cyclisierung von Pseudojononen der Formel III als auch die anschließende Hydrolyse des Reaktionsgemisches in einer praktisch adiabatischen Reaktion in einer oder mehreren hintereinander geschalteten Reaktionsmischpumpe(n) durchführt, die im wesentlichen aus einer aus einer Umfangswand und zwei Stirnwänden gebildeten rotationssymmetrischen Mischkammer und einem darin drehangetriebenen Mischrotor aus schwefelsäureinertem Material besteht, wobei die Mischkammer in der Umfangswand mindestens eine Einlaßöffnung für jede Komponente und eine Auslaßöffnung für das Reaktionsgemisch und in den Stirnwänden strömungstechnisch miteinander verbundene ringförmige Kanäle aufweist, und daß man die Reaktionswärme beider Reaktionen jeweils mit Hilfe eines nachgeschalteten Wärmeaustauschers teilweise bzw. ganz abführt.

Eine als sogenannte Reaktionsmischpumpe für das erfindungsgemäße Verfahren geeignete Pump-Misch-Vorrichtung wird beispielsweise in der DE-A-42 20 239 beschrieben, welche durch Zitieren in diese Anmeldungen aufgenommen wird. Verschiedene Ausführungen solcher Reaktionsmischpumpen sind z. B. von der Firma K-ENGINEERING, Sessinghausen 26, in 58 566 Kierspe, kommerziell erhältlich.

Diese Vorrichtungen vereinigen in sich die Eigenschaften einer Pumpe, eines Mischers zur besonders effektiven Durchmischung sowie des Reaktors und dies sowohl für die Cyclisierung der Pseudojonone der Formel III als auch für die anschließende Hydrolyse des Reaktionsgemisches. Hierdurch bedarf das erfindungsgemäße Verfahren eines sehr geringen apparativen Aufwandes.

Die Mischkammer dieser Reaktionspumpe besteht aus einem Lagerträger und einem zylindrischen Einsatzelement mit einer den Mischrotor über greifenden Umfangswand. In der Umfangswand von Reaktionspumpe(n) 1 befinden sich je eine Einlaßöffnung für die Pseudojononlösung und die konzentrierte Schwefelsäure, sowie eine Auslaßöffnung für das Reaktionsgemisch und in der von Reaktionspumpe(n) 2 je eine Einlaßöffnung für das Reaktionsgemisch und Wasser, bzw. verdünnte Schwefelsäure sowie eine Auslaßöffnung für das Reaktionsgemisch, welches nach Abkühlung an dem nachgeschalteten Wärmeaustauschers in an sich bekannter Weise in die beiden Phasen getrennt und die organische Phase destillativ aufgearbeitet werden kann.

Als besonders günstig hat es sich erwiesen, die Eintrittsöffnungen der Reaktionspumpen in Richtung auf die Reaktionsmischkammer(n) düsenartig verjüngt zu gestalten, weil dadurch eine Art Saugeffekt entsteht.

Selbstverständlich müssen die Teile der Reaktionspumpe die mit dem Reaktionsgemisch in Berührung gelangen aus schwefelsäurestabilem Material gefertigt oder damit verkleidet sein. Als schwefelsäurestables Material seien Metalle bzw. Metallegierungen, wie Hastelloy, Titan oder Nickel; Kunststoffe, wie Polyethylen (PE), Polypropylen (PP), Polyvinylidenfluorid (PVDF) oder Polytetrafluorethylen (PFE), oder Oxidkeramik genannt.

Die technische Auslegung der Reaktionspumpen erfolgt in der Regel entsprechend den gewünschten Druckverhältnissen in der Mischkammer.

Im allgemeinen werden sowohl die Cyclisierung der Pseudojonone der Formel III als auch die anschließende Hydrolyse des Reaktionsgemisches bei Drucken von 1 bis 10 bar, vorzugsweise 1,5 bis 2,5 bar durchgeführt.

Die Verweilzeiten der Reaktionsgemische in den Reaktionspumpen werden von den eingestellten Zulaufmengen und der technischen Auslegung der Reaktionspumpen bzw. von der Drehgeschwindigkeit des Mischrotors bestimmt.

Zur Herstellung von  $\alpha$ - bzw.  $\beta$ -Jonon durch Cyclisierung von Pseudojonon wird sowohl die Cyclisierung als auch die anschließende Hydrolyse des Reaktionsgemisches mit Verweilzeiten von 0,1 bis 10 Sekunden, vorzugsweise 0,5 bis 2 Sekunden durchgeführt.

Die Cyclisierung von Homologen des Pseudojonons, das heißt Jononen der Formel III, in der mindestens einer der Reste  $R^1$  bis  $R^4$  für  $-\text{CH}_3$  oder  $-\text{C}_2\text{H}_5$  stehen, erfordert allerdings längere Verweilzeiten. Insbesondere bei der Herstellung von Homologen von  $\alpha$ - bzw.  $\beta$ -Jonon kann es daher von Vorteil sein, für jeden Reaktionsschritt

jeweils anstelle einer Reaktionspumpe zwei oder mehrere hintereinandergeschaltete Reaktionspumpen zu verwenden.

Die Verweilzeiten betragen beispielsweise für die Herstellung von Methyl-Jononen je nach der Reaktionstemperatur etwa 0,2 bis 20 Sekunden, insbesondere 1 bis 4 Sekunden.

Die als Ausgangsverbindungen verwendeten Pseudojonone sind bekannte Verbindungen, die auf bekannte Weise erhältlich sind.

Die Konzentration der bei der Cyclisierung verwendeten Schwefelsäure kann zwischen 60 und 100 Gew. - % liegen. Vorzugsweise verwendet man 80 bis 98 Gew. -%ige, insbesondere 90 bis 96 Gew. -%ige Schwefelsäure. Pro Mol Pseudojonon verwendet man im allgemeinen 2 bis 10 Mol, vorzugsweise 2 bis 7 Mol, insbesondere 4—6 Mol Schwefelsäure. Bei Verwendung von 2 bis 3 Mol Schwefelsäure pro Mol Pseudojonon erhält man überwiegend  $\alpha$ -Jonon, während man beim Einsatz von mehr als 5 Mol Schwefelsäure pro Mol Pseudojonon  $\beta$ -Jonon mit einem Gehalt von weniger als 2%  $\alpha$ -Jonon erhält.

Als Lösungsmittel kommen im wesentlichen aromatische, aliphatische oder cycloaliphatische Kohlenwasserstoffe sowie aliphatische Chlorkohlenwasserstoffe in Betracht. Genannt seien insbesondere Pentan, Hexan, Heptan, Isopentan sowie Cyclohexan oder Gemische hiervon. Von besonderem Vorteil ist es natürlich, solche Lösungsmittel zu verwenden, die unter Normalbedingungen bei Temperaturen zwischen 25 und 100°C siedend. Vorzugsweise verwendet man Hexan ( $K_p = 68,7^\circ\text{C}$ ).

Die Lösungsmittelmenge ist in weiten Grenzen variierbar. Die besten Ergebnisse erzielt man jedoch, wenn man mit Lösungen arbeitet, die das Pseudojonon in einer Konzentration von 5 bis 95 Gew. -%, vorzugsweise 10 bis 50 Gew. -%, insbesondere 10 bis 30 Gew. -% enthalten.

Unmittelbar nach Beendigung der Cyclisierung wird das Reaktionsgemisch, das im allgemeinen eine Temperatur von 35 bis 65°C aufweist, in einem Wärmeaustauscher — je nach der Reaktionstemperatur — auf etwa 20 bis 60°C abgekühlt und dann zum endgültigen Abbruch der Reaktion in einer zweiten Reaktionspumpe, oder einer Reihe von Reaktionspumpen, mit Wasser verdünnt. Man verwendet in der Regel 1,5 bis 2,5 l Wasser pro kg Schwefelsäure.

Unmittelbar nach Verlassen der Hydrolyse-Reaktionspumpe(n) wird das Reaktionsgemisch, das im allgemeinen Temperaturen von etwa 35 bis 65°C aufweist, in einem weiteren Wärmeaustauscher auf Temperaturen von etwa 20 bis 60°C, vorzugsweise 30—50°C, abgekühlt, dann in einem Phasentrenngefäß die wäßrige Schwefelsäure-Phase von der erhaltenen Jononlösung abgetrennt und letztere in an sich bekannter Weise destillativ aufgearbeitet.

Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens können  $\alpha$ - und  $\beta$ -Jonon sowie Homologe davon auf technisch sehr einfache und vorteilhafte Weise in hoher Ausbeute und hoher Raumzeitausbeute hergestellt werden. Sowohl hinsichtlich der Anlagenkosten, des Platzbedarfs, des Energieverbrauchs, der Ausbeute und des Personalbedarfs ist das erfindungsgemäße Verfahren hervorragend geeignet.

Die folgenden Beispiele sollen das erfindungsgemäße Verfahren erläutern.

#### Beispiele 1—9

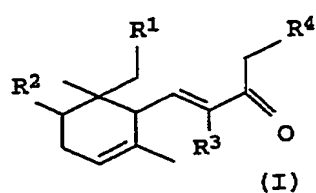
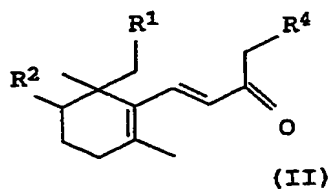
In einer Anlage, wie sie in dem beigefügten Verfahrensschema (vgl. Figur) schematisch dargestellt ist, wurde in einem Wärmeaustauscher W1 eine Mischung aus jeweils den aus der folgenden Tabelle (Tab. 1) ersichtlichen Mengen Pseudojonon (Psi) und Hexan (He) auf die in Tab. 1 angegebene Temperatur T1 vorgekühlt und die gekühlte Mischung durch eine Vorrichtung zum Pumpen und Herstellen von Gemischen (im folgenden Reaktionspumpe P1 genannt) bei Drucken zwischen 1 und 10 bar und Verweilzeiten zwischen 0,1 und 10 Sekunden bei den aus Tab. 1 ersichtlichen Temperaturen T2 mit konzentrierter Schwefelsäure (Ss) der aus Tab. 1 ersichtlichen Konzentration eingepumpt und intensiv vermischt und dadurch das Pseudojonon zu einem Gemisch der aus Tab. 1 ersichtlichen Jonone umgesetzt. Sofort nach Verlassen der Reaktionspumpe 1 wurde ein Teil der freigesetzten Wärme durch Abkühlen an dem Wärmetauscher W2 auf etwa 40°C (vgl. T3 in Tab. 1) abgeführt. Anschließend wurde das Reaktionsgemisch in eine zweite Vorrichtung zum Pumpen und Herstellen von Gemischen (im folgenden Reaktionspumpe P2 genannt) gesaugt, wo es bei Drucken von 1 bis 10 bar und Verweilzeiten zwischen 0,1 und 10 Sekunden unter sehr gutem Vermischen mit vollentsalztem Wasser (veW) versetzt wurde. In einem nachgeschalteten Wärmetauscher W3 wurde die aufgetretene Reaktionswärme der Hydrolyse durch Abkühlen auf etwa 40°C weitgehend abgeführt. In einem nachgeschalteten Phasentrenngefäß wurde die verdünnte Schwefelsäure von den erhaltenen Jononen abgetrennt.

In Tab. 1 sind die im Rohaustrag enthaltenen Mengen an  $\alpha$ - und  $\beta$ -Jonon (angegeben in Flächenprozenten, ermittelt durch Gaschromatographie) angegeben.

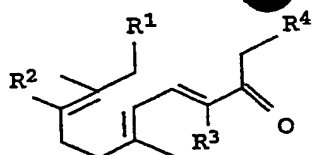
Beispiele									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Pseudojonon-Zulaufmenge [kg/h]	135	270	260	150	200	135	300	135	135
Hexan-Zulaufmenge [kg/h]	800	800	800	800	800	800	800	800	800
Schwefelsäure-Zulaufmenge [kg/h]	370	740	710	410	550	340	820	380	400
Schwefelsäure-Gehalt [Gew.-%]	93	93	95	95	95	98	95	91	84
Hydrolysewasser-Zulaufmenge [kg/h]	765	1500	1130	700	1000	765	1050	820	820
Betajonon-Gehalt im Rohaustrag [GC-Fl.-%]	90,7	93,0	93,4	93,5	91,8	92,2	93,5	87,3	57,3
Alphajonon-Gehalt im Rohaustrag [GC-Fl.-%]	3,0	1,9	1,2	1,4	1,5	0,6	1,2	5,2	36,1
Betajonon-Ausbeute [%]	81,0	82,0	85,5	84,7	81,9	77,5	82,6	79,5	n.b.
Temperatur T1 [°C]	10	-2	-3	12	5	5	-7	10	10
Temperatur T2 [°C]	47	54	59	50	59	52	59	49	42
Temperatur T3 [°C]	40	40	41	40	41	39	44	46	40
Temperatur T4 [°C]	52	52	61	57	58	58	64	47	42
Temperatur T5 [°C]	40	40	40	40	40	40	40	40	40

## Patentansprüche

## 1. Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Jononen der allgemeinen Formeln I und II

 $\alpha$ -Isomeres $\beta$ -Isomeres

in denen R<sup>1</sup> bis R<sup>4</sup> für H, —CH<sub>3</sub> oder —C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> stehen, durch Cyclisieren von Pseudojononen der allgemeinen Formel III



(III)

mittels konzentrierter Schwefelsäure bei Temperaturen von 20 bis 90°C in Gegenwart von organischen Lösungs- oder Verdünnungsmitteln unter Kühlung und durch anschließendes Abbrechen der Reaktion durch Hydrolyse des Reaktionsgemisches mit Wasser, dadurch gekennzeichnet, daß man sowohl die Cyclisierung von Pseudojononen der Formel III als auch die anschließende Hydrolyse des Reaktionsgemisches in einer praktisch adiabatischen Reaktion in einer oder mehreren hintereinander geschalteten Reaktionsmischpumpe(n) durchführt, die im wesentlichen aus einer aus einer Umfangswand und zwei Stirnwänden gebildeten rotationssymmetrischen Mischkammer und einem darin drehangetriebenen Mischrotor aus schwefelsäureinertem Material besteht, wobei die Mischkammer in der Umfangswand mindestens eine Einlaßöffnung für jede Komponente und eine Auslaßöffnung für das Reaktionsgemisch und in den Stirnwänden strömungstechnisch miteinander verbundene ringförmige Kanäle aufweist, und daß man die Reaktionswärme beider Reaktionen jeweils mit Hilfe eines nachgeschalteten Wärmeaustauschers teilweise bzw. ganz abführt.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Cyclisierung der Pseudojonone und die anschließende Hydrolyse des Reaktionsgemisches bei Drucken von 1 bis 10 bar, vorzugsweise 1,5 bis 2,5 bar durchgeführt wird.

3. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Herstellung von  $\alpha$ - bzw.  $\beta$ -ionon die Cyclisierung von Pseudojonon und die anschließende Hydrolyse des Reaktionsgemisches mit Verweilzeiten von 0,1 bis 10 Sekunden, vorzugsweise 0,5 bis 2 Sekunden durchführt.

4. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Cyclisierung der Pseudojonone der Formel III und die Hydrolyse des Reaktionsgemisches in Gegenwart von einem geeigneten aromatischen, aliphatischen oder cycloaliphatischen Kohlenwasserstoff oder einem aliphatischen Chlorkohlenwasserstoff oder aber einem Gemisch der genannten Kohlenwasserstoffe oder Chlorkohlenwasserstoffe als Lösungs- oder Verdünnungsmittel durchführt.

5. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Cyclisierung der Pseudojonone der Formel III und die Hydrolyse des Reaktionsgemisches in Gegenwart von Pentan, Hexan, Heptan oder Gemischen hiervon als Lösungs- oder Verdünnungsmittel durchführt.

6. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man sowohl die Cyclisierung der Pseudojonone der Formel III als auch die anschließende Hydrolyse des Reaktionsgemisches bei Temperaturen von 35 bis 65°C durchführt.

7. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Cyclisierung der Pseudojonone der Formel III mit Schwefelsäure einer Konzentration von 60 bis 100 Gew.-% durchführt.

8. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Cyclisierung der Pseudojonone der Formel III mit Lösungen der Pseudojonone in den Lösungs- oder Verdünnungsmitteln durchführt, in denen die Konzentration der Pseudojonone 5 bis 95 Gew.-% beträgt.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen



- Leerseite -

